

Compsn. for dyeing keratin fibres esp. human hair - contains alkoxyindoline deriv. or hydroxyindoline deriv. as oxidn. dye precursor and salt of lithium, magnesium, calcium, aluminium or zinc

Patent Assignee: HENKEL KGAA

Inventors: HOFFKES H; KNUBEL G; LIESKE E; NEUHAUS W

Patent Family							
Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
DE 4208297	A1	19930923	DE 4208297	A	19920316	199339	B
WO 9318738	A1	19930930	WO 93EP521	A	19930308	199340	
EP 630226	A1	19941228	EP 93905316	A	19930308	199505	
			WO 93EP521	A	19930308		
JP 7505153	W	19950608	JP 93516209	A	19930308	199531	
			WO 93EP521	A	19930308		
EP 630226	B1	19951206	EP 93905316	A	19930308	199602	
			WO 93EP521	A	19930308		
DE 59301113	G	19960118	DE 501113	A	19930308	199608	
			EP 93905316	A	19930308		
			WO 93EP521	A	19930308		
ES 2081211	T3	19960216	EP 93905316	A	19930308	199614	
US 5609650	A	19970311	WO 93EP521	A	19930308	199716	
			US 94302852	A	19941116		
			US 96583696	A	19960105		

Priority Applications (Number Kind Date): DE 4208297 A (19920316)

Cited Patents: EP 415802 ; EP 462857 ; GB 2132642; GB 2187456

Patent Details					
Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
DE 4208297	A1		6	D06P-003/08	
WO 9318738	A1	G	22	A61K-007/13	
EP 630226	A1	G		A61K-007/13	Based on patent WO 9318738
JP 7505153	W		6	A61K-007/13	Based on patent WO 9318738
EP 630226	B1	G	7	A61K-007/13	Based on patent WO 9318738
DE 59301113	G			A61K-007/13	Based on patent EP 630226
					Based on patent WO 9318738
ES 2081211	T3			A61K-007/13	Based on patent EP 630226
US 5609650	A		4	A61K-007/13	Cont of application WO 93EP521
					Cont of application US 94302852

Abstract:

DE 4208297 A

7
A compsn. for dyeing keratinous fibres, esp. human hair, contains (A) an indoline deriv. of formula (I) or salts as oxidn. dye precursor, and (B) a salt of Li, Mg, Ca, Al or Zn with a non-oxidising anion. In (I), R1-R5 are H or 1-4C alkyl, or R4,R5 and O form a 1-4C alkylendioxy gp.

USE/ADVANTAGE - The compsn. can also be used to dye natural fibres, e.g. silk, linen, cotton, jute and sisal, modified natural fibres, e.g. cellulose regenerates, nitro- or acetyl-cellulose, or alkyl-, hydroxyalkyl- or carboxyalkyl cellulose, and synthetic fibres, e.g. polyamide, polyester, polyacrylonitrile and polyurethane. Strong dyeings are obtd. in a short time, without addn. of an oxidising agent, and the metal salts are non-toxic. Fast, natural medium brown to black colours are obtd.

nt

Dwg.0/0

EP 630226 B

Oxidation dyes for keratin fibers, more particularly human hair, comprising a component A and a component B, characterised in that component A contains as oxidation dye precursors indoline derivatives corresponding to formula (I) in which R1, R2, R3, R4 and R5 independently of one another represent hydrogen or alkyl groups containing 1 to 4 carbon atoms or R4 and R5 together with the oxygen atom to which they are attached represent an alkylendioxy group containing 1 to 4 carbon atoms, or salts thereof and in that component B contains at least one metal salt with a non-oxidizing anion selected from the group consisting of lithium, magnesium, calcium, aluminium and zinc salts.

Dwg.0/0

US 5609650 A

An oxidation dye composition for keratin fibers consisting of component A and component B wherein component A is an oxidation dye precursor indoline derivative of the formula (I), wherein each of R1, R2, R3 is hydrogen or an alkyl group having from 1 to 4 carbon atoms; each of R4 and R5 is hydrogen or an alkyl group having from 1 to 4 carbon atoms or together with the oxygen atom to which they are attached represent an alkylendioxy group containing 1 to 4 carbon atoms; or a salt thereof; and wherein component B is a metal salt having a non-oxidizing anion selected from the group consisting of a lithium, magnesium, calcium, aluminum and a zinc salt, said component A being present is an amount of from about 0.1 to about 30 mmoles per 100 g of said composition and said component B being present in an amount of from about 0.1 to about 50 mmoles per 100 g of said composition, wherein colour development of said composition takes place by oxidation with atmospheric oxygen in the absence of additional oxidizing agents.

Dwg.0/0

Derwent World Patents Index

© 2004 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 9610523



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift
⑩ DE 42 08 297 A 1

⑤1 Int. Cl.⁵:
D 06 P 3/08
D 06 P 1/32
A 61 K 7/13
// D06P 3/60,3/24,
3/52,3/70,3/34,C09B
59/00,B01F 17/00

②1 Aktenzeichen: P 42 08 297.8
②2 Anmeldetag: 16. 3. 92
④3 Offenlegungstag: 23. 9. 93

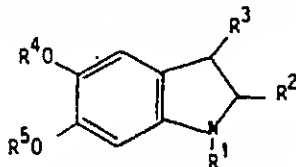
DE 42 08 297 A 1

⑦1 Anmelder:
Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

⑦2 Erfinder:
Knübel, Georg, Dr., 4000 Düsseldorf, DE; Höffkes,
Horst, Dr., 4000 Düsseldorf, DE; Neuhaus, Winifried,
4020 Mettmann, DE; Lieske, Edgar, 4000 Düsseldorf,
DE

⑤4 Färben von keratinischen Fasern mit Indolinen unter Metallkatalyse

⑤7 Natürlich wirkende Oxidationsfärbungen an keratinischen Fasern im Braun- bis Schwarz-Bereich erzielt man mit Indolinen der Formel I



(I)

als Oxidationsfarbstoffvorprodukten, wobei R¹, R², R³, R⁴ und R⁵ unabhängig voneinander Wasserstoff oder Alkylgruppen mit 1-4 C-Atomen oder R⁴ und R⁵ gemeinsam mit den Sauerstoffatomen, an die sie gebunden sind, eine Alkyldioxygruppe mit 1-4 C-Atomen darstellen, oder deren Salzen durch Luftsauerstoffoxidation ohne den Einsatz zusätzlicher Oxidationsmittel, wenn man als Oxidationskatalysatoren die farblosen, toxikologisch unbedenklichen Salze des Lithiums, Magnesiums, Calciums, Aluminiums oder Zinks verwendet.

DE 42 08 297 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft Oxidationsfärbemittel zum Färben von keratinischen Fasern, insbesondere menschlichen Haaren, auf der Basis von Indolinderivaten, insbesondere 5,6-Dihydroxyindolin, wobei die oxidative Farbentwicklung durch lithium-, magnesium-, calcium-, aluminium- oder zinksalzkatalysierte Luftsauerstoffoxidation ohne den Einsatz zusätzlicher Oxidationsmittel erfolgt.

Für das Färben von keratinischen Fasern, z. B. Wolle, Pelzen oder Haaren spielen die sogenannten Oxidationshaarfärbemittel wegen ihrer intensiven Farben und guten Echtheitseigenschaften eine bevorzugte Rolle. Solche Färbemittel enthalten Oxidationsfarbstoffvorprodukte in einem kosmetischen Träger. Als Oxidationsfarbstoffvorprodukte werden Entwicklersubstanzen und Kupplersubstanzen eingesetzt. Die Entwicklersubstanzen bilden unter dem Einfluß von Oxidationsmitteln, meist H_2O_2 , untereinander oder unter Kupplung mit einer oder mehreren Kupplerkomponenten die eigentlichen Farbstoffe aus.

Als Entwicklersubstanzen werden üblicherweise Paraaminophenol- und Paraphenylendiaminderivate eingesetzt. Als sogenannte Kupplersubstanzen kommen Methaphenylendiaminderivate, Naphthole, Resorcinderivate und Pyrazolone zum Einsatz.

Färbemittel zum Färben von keratinischen Fasern müssen gute färbetechnische Eigenschaften wie z. B. gutes Aufziehvermögen auf die Faser bei möglichst niedrigen Temperaturen besitzen; die erzielte Färbung muß über gute Echtheitseigenschaften verfügen. Andererseits aber muß das Färbemittel toxikologisch und dermatologisch unbedenklich sein, vor allem wenn menschliche Haare gefärbt werden sollen.

Die in üblichen Oxidationsfärbemitteln enthaltenen Paraaminophenol- und Paraphenylendiaminderivate können jedoch bei einzelnen Personen Sensibilisierungen und Allergien hervorrufen. Es hat daher nicht an Versuchen gefehlt, Paraaminophenol- und Paraphenylendiaminderivate durch andere, wenn möglich "naturidentische" Oxidationsfarbstoffvorprodukte zu ersetzen. Hier bieten Indolinderivate, die Grundbausteine des im Haar enthaltenen natürlichen Melaninfarbstoffs, eine Möglichkeit.

Viele Indolinderivate kommen jedoch wegen ihrer zu hohe Oxidationsempfindlichkeit und damit verbundenen Handhabungsprobleme zur Verwendung in kommerziell verwertbaren Haarfärbemitteln nicht in Frage.

Indolinderivate, wie sie die deutsche Offenlegungsschrift DE-A 40 16 177 beschreibt, sind eine vielversprechende Alternative. Sie sind lagerstabil und bilden durch Oxidation die entsprechenden Indolinderivate "in situ"; diese polymerisieren dann anschließend zum eigentlichen Farbstoff.

Als Oxidationsmittel wird üblicherweise H_2O_2 verwendet. H_2O_2 führt jedoch zu Veränderungen der ursprünglichen Eigenschaften des Haares; so ist H_2O_2 -behandeltes Haar trockener, spröder und schwieriger auszukämmen: Es ist poröser und deshalb empfindlicher gegen den Einfluß von Feuchtigkeit und benötigt länger zum Trocknen, seine Widerstandsfähigkeit und Reißfestigkeit ist vermindert.

Man ist deshalb bemüht, Haarfärbemittel ohne H_2O_2 oder andere Oxidationsmittel zu entwickeln und die oxidative Haarausfärbung mit Luftsauerstoff zu erreichen. Ein völliger Verzicht auf H_2O_2 führt jedoch nur zu unbefriedigenden Färbergebnissen; so ist die erzielbare Farbtintensität im Falle von Indolinderivaten als Oxidationsfarbstoffvorprodukten nur gering.

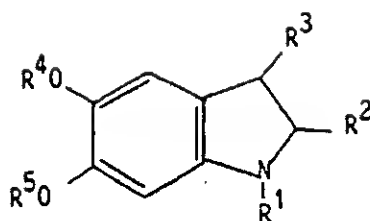
Die europäische Offenlegungsschrift EP-A 04 62 857 beschreibt u. a. Haarfärbeverfahren mit Indolinolen als Oxidationsfarbstoffvorprodukten, wobei die Oxidation der Indoline bereits mit Luftsauerstoff in Gegenwart katalytischer Mengen von Metallen der 3.-8. Nebengruppe und der Lanthanidenreihe erfolgt. Besonders bevorzugt sind Kupfersalze.

Dieses Färbeverfahren genügt jedoch nicht den hohen färbetechnischen und toxikologischen Anforderungen, die an Haarfärbemittel zu stellen sind: Zum einen sind die meisten Metallsalze selbst farbige Verbindungen, so daß eine Einflußnahme auf die erzielte Färbung nicht in jedem Falle auszuschließen ist, zum anderen stellen viele der eingesetzten Metallsalze selbst Oxidationsmittel dar. Der gravierendste Nachteil ist jedoch, daß viele der beschriebenen Schwermetallsalze toxikologisch keineswegs unbedenklich sind.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es deshalb, ein Mittel zum Färben von keratinischen Fasern, insbesondere menschlichem Haar zur Verfügung zu stellen, das Indolinderivate als Oxidationsfarbstoffvorprodukte enthält, das innerhalb kurzer Zeit kräftige Färbungen ohne den Zusatz von Oxidationsmitteln ausbildet und das als Oxidationskatalysatoren nur toxikologisch unbedenkliche, farblose Metallsalze enthält, wobei typische Schwermetallsalze wie z. B. Mangan-, Kobalt-, Kupfer- oder Silbersalze von vornherein auszuschließen sind.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß auch die toxikologisch unbedenklichen redoxneutralen Hauptgruppenmetallsalze des Lithiums, Magnesiums, Calciums und Aluminiums, aber auch die Salze des aufgrund seiner abgeschlossenen d-Schale hauptgruppenmetallähnlichen Zinks die Luftoxidation von in Färbemitteln enthaltenen Indolinderivaten katalysieren.

Gegenstand der Erfindung ist daher ein Mittel zur oxidativen Färbung von keratinischen Fasern, insbesondere menschlichem Haar, welches eine Komponente A und eine Komponente B umfaßt, wobei Komponente A dadurch definiert ist, daß sie als Oxidationsfarbstoffvorprodukte Indolinderivate der Formel I



(I)

worin R^1 , R^2 , R^3 , R^4 und R^5 unabhängig voneinander Wasserstoff oder Alkylgruppen mit 1 bis 4 C-Atomen oder R^4 und R^5 gemeinsam mit den Sauerstoffatomen, an die sie gebunden sind, eine Alkylendioxygruppe mit 1 bis 4 C-Atomen darstellen oder deren Salze enthält, und Komponente B dadurch definiert ist, daß sie mindestens ein Metallsalz mit einem nichtoxidierend wirkenden Anion, ausgewählt aus der Gruppe der Lithium-, Magnesium-, Calcium-, Aluminium- oder Zinksalze, enthält.

Mit den erfindungsgemäßen Färbemitteln werden bereits durch Luftsauerstoffoxidation ohne den Einsatz zusätzlicher Oxidationsmittel und toxikologisch bedenklicher Schwermetallsalze besonders natürliche Farbnuancen im Bereich von Mittelbraun bis Schwarz mit guten Echtheitseigenschaften erzielt.

Die Komponenten A und B können gemeinsam in einer wasserhaltigen Zubereitung oder aber auch in zwei voneinander getrennten wasserhaltigen Zubereitungen bereitgestellt werden.

Bei Bereitstellung der Komponenten A und B in einer für die Anwendung auf dem Haar gebrauchsfertigen gemeinsamen Zubereitung ist während Herstellung und Lagerung der Zubereitung besonders auf den Ausschluß von Luftsauerstoff zu achten, um eine vorzeitige Oxidation der Farbstoffvorprodukte zu verhindern.

Bei einer getrennten Bereitstellung der Komponenten A und B werden die beiden Komponenten erst unmittelbar vor der Anwendung auf dem Haar miteinander vermischt. Es ist auch möglich, zunächst nur eine der beiden Komponenten A und B auf das Haar aufzutragen und nach einer Einwirkzeit, die zwischen einigen Sekunden und 30 Minuten beträgt, die zweite Komponente hinzuzugeben.

Eine weitere Möglichkeit besteht schließlich darin, zunächst nur eine der beiden Komponenten A und B auf das Haar aufzutragen, einwirken zu lassen, auszuspülen und erst unmittelbar nach dem Spülvorgang die zweite Komponente aufzutragen. Es spielt dabei keine Rolle, welche der beiden Komponenten A und B zuerst aufgetragen wird.

Unabhängig von der angewandten Färbetechnik wird das Haar nach dem Färbeprozess mit einem neutral bis schwach sauer eingestellten Shampoo gewaschen.

Der in der folgenden Beschreibung gebrauchte Begriff "gesamte Färbemittelzubereitung" bezeichnet unabhängig von der Färbetechnik das gesamte, Komponente A und Komponente B umfassende Färbemittel.

Die erfindungsgemäßen Färbemittel können nicht nur zum Färben von keratinischen Fasern, sondern auch zum Färben anderer Naturfasern, wie z. B. Seide, Leinen, Baumwolle, Jute und Sisal, modifizierter Naturfasern, wie z. B. Regeneratcellulose, Nitro- und Acetylcellulose, Alkyl-, Hydroxyalkyl- und Carboxyalkylcellulose und synthetischer Fasern, wie z. B. Polyamid, Polyester-, Polyacrylnitril- und Polyurethanfasern verwendet werden.

Zur Modifikation der Farbnuancen können andere bekannte Oxidationsfarbstoffvorprodukte und gegebenenfalls auch bekannte direktziehende Farbstoffe gemeinsam mit den Indolinen der Formel I eingesetzt werden. Die Indoline der Formel I werden jedoch bevorzugt als einzige Oxidationsfarbstoffvorprodukte eingesetzt. Es ist dabei aber nicht notwendig, daß ein einheitliches Indolin der Formel I vorliegt, vielmehr kann auch ein Gemisch von verschiedenen Indolinen der Formel I zum Einsatz kommen. Die Indoline der Formel I können in freier Form oder in Form ihrer Salze, bevorzugt als Hydrochloride, Hydrobromide, Sulfate, Phosphate, Acetate, Propionate, Lactate und Citrate eingesetzt werden.

Das bevorzugt geeignete Indolin der Formel I ist 5,6-Dihydroxyindolin; dieses bildet zunächst 5,6-Dihydroxyindol und dann im Zuge einer oxidativen Polymerisation einen Melaninfarbstoff. Auch alkylsubstituierte Indoline der Formel I eignen sich als Melanin-Vorläufer, insbesondere diejenigen, bei welchen eine der Gruppen R^1 , R^2 und R^3 eine Methylgruppe ist.

Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist deshalb ein Mittel zur oxidativen Färbung von keratinischen Fasern, wobei in den in der Komponente A enthaltenen Indolinderivaten der Formel I R^1 , R^2 , R^3 , R^4 und R^5 Wasserstoff oder gegebenenfalls eine der Gruppen R^1 , R^2 und R^3 eine Methylgruppe ist und die übrigen Wasserstoff sind.

Zur Herstellung der Komponente A werden die Oxidationsfarbstoffvorprodukte in einen geeigneten Träger eingearbeitet. Solche Träger sind z. B. Cremes, Emulsionen, Gele oder auch tensidhaltige, schäumende Lösungen (Shampoos), Schaumaerosole oder sonstige Zubereitungen, die für die Anwendung auf dem Haar geeignet sind. Solche Träger enthalten Konfektionierungs- und Färbemittel, welche die Stabilität der Zubereitungen erhöhen und das Ergebnis der Färbung verbessern. Solche Zusätze sind in erster Linie oberflächenaktive Stoffe, z. B.

- Seifen, insbesondere die Alkali- oder Alkanolaminseifen von linearen C_{12} – C_{18} -Fettsäuren, insbesondere von Ölsäure,
- anionische Tenside, z. B. Fettalkoholsulfate und Fettalkoholpolyglycolethersulfate, Alkansulfonate, alpha-Olefin-sulfonate oder Ölsäuresulfonate, bevorzugt in Form der Alkali-, Ammonium- oder Alkanolammoniumsalze,
- kationische Tenside, z. B. Alkyl(C_{12} – C_{18} -trimethyl-ammoniumchloride, Alkyl(C_{12} – C_{18})-dimethyl-ben-

zyl-ammoniumsalze, Cetylpyridiniumchlorid, 2-Hydroxydodecyl-hydroxyethylmethylammoniumchlorid, — zwitterionische Tenside, wie z. B. Alkyl-(C₁₂—C₁₈)-dimethyl-ammonium-glycinat, Kokosacylaminopropyl-dimethyl-ammonium-glycinat oder Imidazoliniumbetaine, — amphotere Tenside, wie z. B. N-Dodecylaminoessigsäure, N-Cetylaminopropionsäure, gamma-Laurylaminobuttersäure und — nichtionische Tenside, insbesondere Anlagerungsprodukte von 5 — 30 Mol Ethylenoxid an Fettalkohole, an Alkylphenole, an Fettsäuren, an Fettsäurealkanolamide, an Fettsäurepartialglyceride, an Fettsäuresorbitanpartialester oder an Fettsäuremethylglucosid-partialester, ferner Alkylglucoside, Aminoxyde und Fettsäure-polyglycerinester.

Weitere Konfektionierungshilfsmittel sind z. B.

- wasserlösliche, verdickende Polymere (Hydrokolloide), z. B. Celluloseether wie Carboxymethylcellulose, Hydroxyethylcellulose, Methylcellulose, Methylhydroxypropylcellulose, Stärke und Stärkeether, Pflanzengumme, Guar-Gum, Agar-Agar, Alginate, Xanthan-Gum oder synthetische wasserlösliche Polymere,
- Antioxidantien, z. B. Ascorbinsäure, Na₂SO₃,
- Puffersubstanzen, z. B. Ammoniumchlorid und Ammoniumsulfate,
- Komplexbildner, z. B. 1-Hydroxyethan-1,1-diphosphonsäure, Nitrilotriessigsäure oder Ethylendiamintetraessigsäure oder deren Salze,
- haarkosmetische Hilfsmittel, z. B. wasserlösliche kationische Polymere, Proteinderivate, Glucose, D-Panthenol, Cholesterin, Vitamine oder Pflanzenextrakte,
- Egalisierungsmittel, z. B. Urazol, Hexahydropyrimidin-2-on, Imidazol, 1,2,4-Triazol oder Jodide, z. B. Natrium- oder Kaliumjodid.

Die Anwendung der erfindungsgemäßen Färbemittel kann unabhängig von den oben beschriebenen Färbetechniken im pH-Bereich von 3—10 erfolgen, bevorzugt ist jedoch die Anwendung bei einem pH-Wert von 8,5—10.

Eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung sind solche Färbemittel, deren Komponente A Indoline der Formel I oder deren Salze in einer Menge von 0,1—30 Millimol pro 100 g der gesamten Färbemittelzubereitung und als Träger ein Gel mit einem Gehalt von 1—20 Gew.-% einer Seife oder eine Öl-in-Wasser-Emulsion mit einem Gehalt von 1—25 Gew.-% einer Fettkomponente und 0,5—30 Gew.-% eines Emulgiermittels, bezogen auf Komponente A oder die gesamte Färbemittelzubereitung, aus der Gruppe der anionischen, nichtionischen, kationischen, zwitterionischen oder ampholytischen Tenside enthalten.

Als in der Komponente B enthaltene Metallsalze kommen alle wasserlöslichen Salze des Lithiums, Magnesiums, Calciums, Aluminiums oder Zinks in Frage, die kein oxidierend wirkendes Anion, wie z. B. Nitrat, Nitrit, Jodat, Perjodat, Hypochlorit u. ä., enthalten. Geeignete Anionen sind beispielsweise Chlorid, Bromid, Sulfat, Acetat, Citrat oder Lactat.

Es ist nicht erforderlich, daß in Komponente B ein einheitliches Metallsalz vorliegt, vielmehr kann auch eine Mischung von verschiedenen Metallsalzen zum Einsatz kommen. Um eine befriedigende Ausfärbung erzielen zu können, muß jedoch eine Mindestmenge an Metallsalz verwendet werden, die bei ca. 0,02 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Färbemittelzubereitung, liegt; der Gehalt an Metallsalz kann bis zu 2,0 Gew.-% betragen, vorzugsweise liegt er jedoch zwischen 0,05 und 0,5 Gew.-%, bezogen auf die gesamte Färbemittelzubereitung, je nach Metallsalz entspricht dies einer Menge von 0,1 bis 50 mMol, vorzugsweise 0,3 bis 125 mMol, pro 100 g der gesamten Färbemittelzubereitung.

Vorzugsweise liegt die Komponente B als Öl-in-Wasser-Emulsion oder Gel vor, wobei in der oben beschriebenen Weise anstelle eines Indolins der Formel I ein Metallsalz in den Träger eingearbeitet wird. Eine Öl-in-Wasser-Emulsion enthält 1—25 Gew.-% Fettkomponenten und 0,5—30 Gew.-% eines Emulgiermittels aus der Gruppe der anionischen, nichtionischen, kationischen, zwitterionischen oder ampholytischen Tenside, ein Gel 1—20 Gew.-% einer Seife, jeweils bezogen auf Komponente B oder die gesamte Färbemittelzubereitung.

Die folgenden Beispiele sollen den Erfindungsgegenstand näher erläutern, ohne ihn jedoch hierauf zu beschränken.

Beispiel

Es wurden eine Komponente A (Indolinderivat-Komponente) und eine Komponente B (Metallsalz-Komponente) folgender Zusammensetzungen hergestellt:

			5
Fettalkohol (C ₁₂ -C ₁₈)	10 g	10 g	
Fettalkohol(C ₁₂ -C ₁₄)-ethersulfat (2 EO) Na-salz (28 %ig)	25 g	25 g	10
Ascorbinsäure	0,5 g	-	15
5,6-Dihydroxyindolin	9,7 mMol	-	20
Metallsalz	-	7,5 mMol	25
konzentrierte NH ₃ -Lösung	bis pH = 9,0	bis pH = 9,0 bis 9,8	30
Wasser	ad 100 g	ad 100 g	

100 g von Komponente A und 50 g von Komponente B wurden miteinander vermischt und diese Mischung dann auf ca. 5 cm lange Strähnen standardisierten, zu 90% ergrauten, aber nicht besonders vorbehandelten Menschenhaars aufgetragen und dort 30 Minuten bei 27°C belassen. Nach Beendigung des Färbeprozesses wurde das Haar gespült, mit einem üblichen neutral bis schwach sauer eingestellten Haarwaschmittel ausgewaschen und anschließend getrocknet.

In Abhängigkeit des verwendeten Metallsalzes resultierten brillante, farbintensive Nuancen im Braun- bis Schwarz-Bereich (Tabelle 1). Die Ausfärbungen zeichneten sich durch sehr gute Echtheitseigenschaften aus.

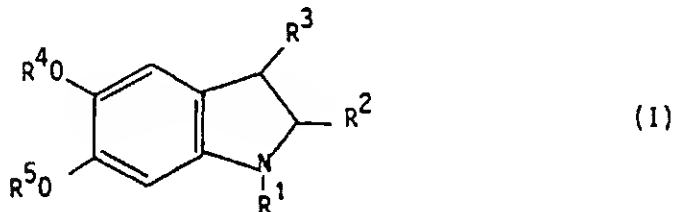
Tabelle 1

Metallsalz	pH	erzielte Nuance	Farbintensität
LiCl	9,0	braunschwarz	gut
MgSO ₄	9,8	braunschwarz	gut
CaCl ₂	9,0	braun	gut
AlCl ₃	9,8	braunschwarz	gut
Zn-acetat	9,0	schwarz	sehr gut

In einem weiteren Versuch wurde zunächst nur Komponente A auf das Haar aufgetragen, nach einer Einwirkzeit von 30 Minuten das Haar gespült und anschließend mit Komponente B in Form einer 1 Gew.-%igen wäßrigen Metallsalzlösung benetzt, nach 15 Minuten Einwirkzeit shampooiert, gespült und getrocknet. Es wurden gleich gute Färbeergebnisse erzielt.

Patentansprüche

1. Mittel zur oxidativen Färbung von keratinischen Fasern, insbesondere menschlichem Haar, umfassend eine Komponente A und eine Komponente B, dadurch gekennzeichnet, daß die Komponente A als Oxidationsfarbstoffvorprodukte Indolinderivate der Formel I



worin R^1 , R^2 , R^3 , R^4 und R^5 unabhängig voneinander Wasserstoff- oder Alkylgruppen mit 1 bis 4 C-Atomen oder R^4 und R^5 gemeinsam mit den Sauerstoffatomen, an die sie gebunden sind, eine Alkylendioxygruppe mit 1 bis 4 C-Atomen darstellen oder deren Salze enthält, und die Komponente B mindestens ein Metallsalz mit einem nichtoxidierend wirkenden Anion, ausgewählt aus der Gruppe der Lithium-, Magnesium-, Calcium-, Aluminium- oder Zinksalze, enthält.

2. Mittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in den in Komponente A enthaltenen Indolinderivaten der Formel I R^1 , R^2 , R^3 , R^4 und R^5 Wasserstoff oder gegebenenfalls eine der Gruppen R^1 , R^2 und R^3 eine Methylgruppe ist und die übrigen Wasserstoff sind.

3. Mittel nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß in Komponente A die Indoline der Formel 1 oder deren Salze in einer Menge von 0,1 bis 30 mMol pro 100 g der gesamten Färbemittelzubereitung und in Komponente B die Metallsalze in einer Menge von 0,1 bis 50 mMol, vorzugsweise 0,3 bis 12,5 mMol, pro 100 g der gesamten Färbemittelzubereitung enthalten sind.